

ISSN 0035-9696

Cena 27,30 zł (w tym 5% VAT)

Nakład do 500 egz.

# руды i metale nieżelazne

R · 57  
2012 9



WYDAWNICTWO

**SIGMA-NOT**

PRASA FACHOWA

## MODELOWANIE PROCESU SPIEKANIA MATERIAŁÓW DWUFAZOWYCH METODĄ ELEMENTÓW DYSKRETNYCH

W niniejszym artykule zostały przedstawione nowe wyniki modelowania procesu spiekania metodą elementów dyskretnych. W sformułowaniu teoretycznym dla części sprężystej zastosowano model kontaktu Hertza w celu lepszego odwzorowania oddziaływania elementów kulistych w trakcie prasowania. Sformułowanie i implementację modelu rozszerzono na przypadek spiekania materiałów dwufazowych. Na podstawie badań literaturowych wyznaczono parametry materiałowe procesu, które zostały następnie zweryfikowane za pomocą wyników eksperymentalnych. Wyniki numeryczne ewolucji gęstości próbki porównano z wynikami doświadczalnymi otrzymując dużą zgodność.

Słowa kluczowe: materiały dwufazowe, metalurgia proszków, spiekanie, metoda elementów dyskretnych

### DISCRETE ELEMENT MODELLING OF SINTERING OF TWO-PHASE MATERIALS

This paper presents numerical new results of discrete element modelling of powder sintering. The Hertz contact model was used for the elastic part of the sintering model in order to better represent elastic deformation of spherical particles under pressure. The formulation and implementation of the model has been extended on sintering under pressure of two-phase materials. The model parameters have been determined from the data available in the literature and verified using experimental results. Comparison of numerical and experimental results showing the evolution of relative density during sintering shows a good agreement.

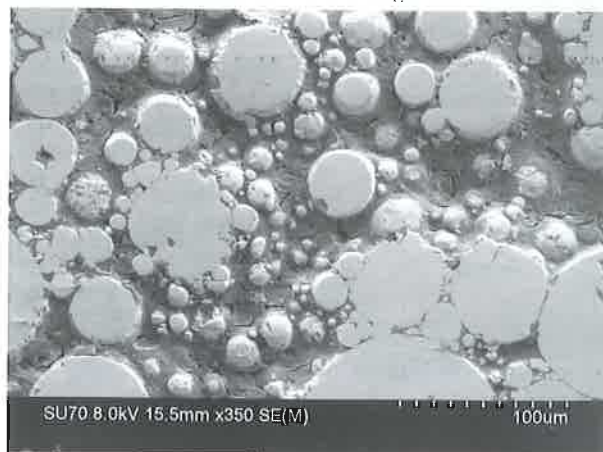
Keywords: two-phase materials, powder metallurgy, sintering, discrete element method

#### Wstęp

Spiekanie jest szeroko stosowanym procesem technologicznym w metalurgii proszków, podczas którego pod wpływem podwyższonej temperatury oraz ewentualnego obciążenia mechanicznego materiał w syplonej postaci zostaje przekształcony w ciało polikrystaliczne. W trakcie procesu spiekania dochodzi do powstania i rozrostu stref kontaktu pomiędzy cząstkami proszku (rys. 1). W wyniku tego w strukturze spiekane go materiału dochodzi do spadku porowatości i wzrostu wielkości ziarna, co prowadzi w konsekwencji do wzrostu gęstości materiału (rys. 2).

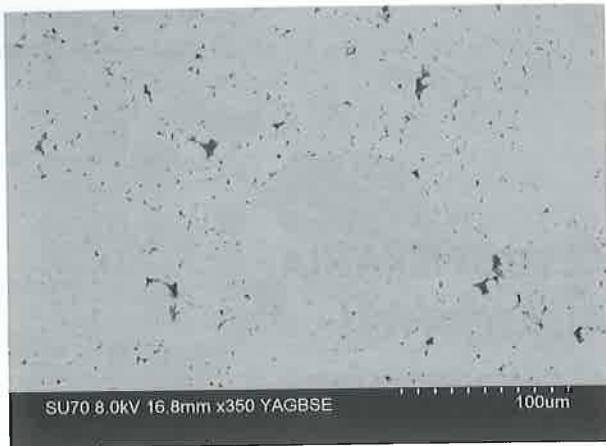
Struktura rozpatrywanego materiału jest jednym z ważniejszych kryteriów doboru odpowiedniej metody modelowania. Metoda elementów dyskretnych, jako jedna z głównych metod wykorzystująca podejście dyskretne, jest naturalnym narzędziem do modelowania materiałów dyspersyjnych. W metodzie elementów dyskretnych materiał reprezentowany jest jako zbiór elementów, które oddziałują między sobą poprzez siły kontaktu (siły tarcia, siły spójności). W niniejszej pracy metoda elementów dyskretnych jest

zastosowana do modelowania spiekania proszków. W pracy wykorzystane są wyniki wcześniejszych prac. Model spie-



Rys. 1. Mikrostruktura spiekane go materiału (NiAl) na początku procesu

Fig. 1. Microstructure of sintered material (NiAl) at the beginning of the process



Rys. 2. Mikrostruktura spiekane go materiału (NiAl) na koniec procesu

Fig. 2. Microstructure of sintered material (NiAl) at the end of the process

kana dwóch cząstek kulistych został zaprezentowany przez Coble'a [1]. Model ten zastosowali Parham i McMeeking [2] do analizy spiekania swobodnego układu wielu cząstek. Metodę elementów dyskretnych w modelowaniu spiekania materiałów dwufazowych wykorzystali w swojej pracy Olmos i in. [3] porównując otrzymane wyniki numeryczne z danymi doświadczalnymi.

Niniejszy artykuł jest kontynuacją badań nad zagadnieniem modelowania procesu spiekania metodą elementów dyskretnych [4, 5]. Artykuł przedstawia nowe wyniki i nowe możliwości rozwijanego modelu m.in. sposób wyznaczania parametrów materiałowych, zastosowanie modelu oddziaływania kontaktowego Hertza oraz modelowanie spiekania materiałów dwufazowych.

### Model numeryczny spiekania swobodnego oraz pod ciśnieniem

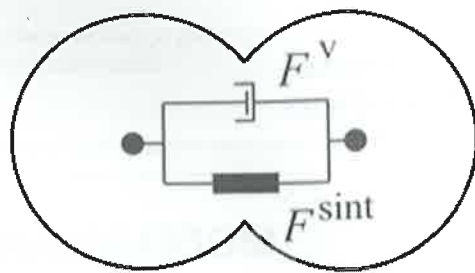
Ze względu na ewentualne występowanie obciążenia zewnętrznego w trakcie procesu, spiekanie dzielimy na swobodne oraz pod ciśnieniem. Schemat reologiczny spiekania swobodnego przedstawiony został na rysunku 3. Siła kontaktu w kierunku normalnym  $F^{\text{sint}}$  opisana jest następującą zależnością

$$F^{\text{sint}} = \frac{\pi r^4}{8D_b} V_n - \pi \gamma_s \left[ 4R \left( 1 - \cos \frac{\Psi}{2} \right) + r \sin \frac{\Psi}{2} \right] \quad (1)$$

gdzie

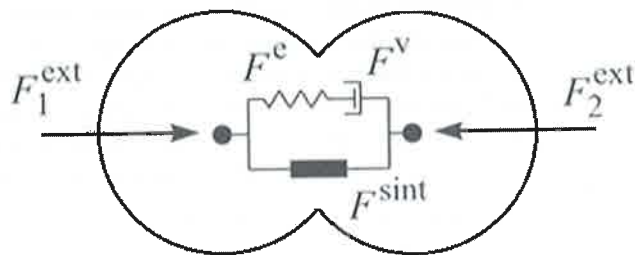
$R$  — promieniem cząstki,  $r$  — promieniem szyjki,  $V_n$  — prędkością względną między cząstkami wzdłuż linii przechodzącej przez środki cząstek,  $\gamma_s$  — energią powierzchniową,  $\Psi$  — kąt dwuścienny określający stan równowagi w spiekaniu.

W równaniu (1) można wyróżnić człon odpowiadający sile spiekania związanej z napięciami powierzchniowymi (drugi człon po prawej stronie) oraz człon odpowiadający za lepkościowy opór materiału (pierwszy człon po prawej stronie). Obydwa człony są reprezentowane w schemacie reologicznym przez odpowiednie elementy reologiczne po-



Rys. 3. Schemat reologiczny odpowiadający modelowi spiekania swobodnego

Fig. 3. Rheological scheme of free sintering



Rys. 4. Schemat reologiczny odpowiadający modelowi spiekania pod ciśnieniem

Fig. 4. Rheological scheme of sintering under pressure

łączone równolegle.

Model reologiczny spiekania pod ciśnieniem (rys. 4) posiada dodatkowo element sprężysty o sztywności  $k_n$ , który jest połączony szeregowo z elementem tłumiącym o lepkości  $\eta$ , z którym tworzy element Maxwella. Dla elementu Maxwella zachodzi następująca zależność

$$V_n = V_n^e + V_n^v = \frac{F^e}{k_n} + \frac{F^e}{\eta} \quad (2)$$

Siła sprężysta  $F^e$  definiująca nieliniowy model Hertza dana jest następującym równaniem

$$F^e = k_n g^{\frac{3}{2}} \quad (3)$$

gdzie

$k_n$  — sztywność elementu sprężystego,  $g$  — penetracja cząstek.

### Wyznaczanie parametrów modelu numerycznego

Dobór odpowiednich parametrów materiałowych jest podstawowym warunkiem zastosowania modelu do symulacji rzeczywistego procesu spiekania. Parametry występujące w równaniu (1) zależą od parametrów opisujących dyfuzję po granicach ziaren, która jest głównym mechanizmem transportu masy w rozpatrywanym procesie spiekania. Efektywny współczynnik dyfuzji po granicy ziaren  $D_b$  przyjmuje postać

$$D_b = D \delta \frac{\Omega}{kT} \quad (4)$$

gdzie

$D$  — współczynnik dyfuzji,  $\delta$  — grubość granicy ziarna (cząstki),  $\Omega$  — objętość atomowa,  $k$  — stała Boltzmana,  $T$  — temperatura spiekania. Współczynnik dyfuzji  $D$  można wyznaczyć z równania Arrheniusa [6]

$$D = D_0 \exp\left[-\frac{\Delta H}{RT}\right] = g v_D \lambda^2 \exp\left[\frac{\Delta S}{R}\right] \exp\left[-\frac{\Delta H}{RT}\right] \quad (5)$$

gdzie

$D_0$  — stała dyfuzji,  $\Delta H$  — entalpia aktywacji,  $R$  — stała gazowa,  $T$  — temperatura spiekania,  $v_D$  — częstotliwość drgań atomów (częstotliwość Debye'a),  $\lambda$  — parametr komórki elementarnej,  $g$  — parametr geometryczny.

W celu wyznaczenia wartości kąta dwuściennego  $\Psi$  wykorzystano prawo Younga [7]

$$\gamma_{gb} = 2\gamma_s \cos \frac{\Psi}{2} \quad (6)$$

Energję powierzchniową  $\gamma_s$  wyznaczono na podstawie równania Herringa [8].

$$\gamma_s = \frac{Gb}{4\pi(1-\nu)} \quad (6)$$

gdzie

$G$  — moduł ścinania (Kirchoffa),  $b$  — wektor Burgersa,  $\nu$  — liczba Poissona. Energję granicy ziaren  $\gamma_{gb}$  wyznaczono za pomocą następującej zależności [9]

$$\gamma_{gb} = \gamma_s \theta (A - \ln \theta) \quad (7)$$

gdzie

$$A = 1 + \ln\left(\frac{b}{2\pi r_0}\right), \theta - \text{kąt dezorientacji.}$$

Na podstawie powyższych wzorów wyznaczono parametry procesu spiekania dla cząstek miedzi oraz NiAl przedstawione odpowiednio w tablicach 1 oraz 2. W obydwu tablicach przedstawiono wartości minimalne i maksymalne poszczególnych parametrów określone na podstawie

Tablica 1

Porównanie wartości parametrów materiałowych modelu spiekania miedzi

Table 1

Comparison of material parameters of copper sintering model

Parametr	Dane literaturowe		Parhami i McMeeking [2]	Bieżąca praca
	wartość minimalna	wartość maksymalna		
$D_0, m^2/s$	$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$1,02 \cdot 10^{-5}$	$2,55 \cdot 10^{-5}$
$D, m^2/s$	$5 \cdot 10^{-10}$	$2,5 \cdot 10^{-9}$	$6,15 \cdot 10^{-10}$	$6,66 \cdot 10^{-10}$
$\gamma_s, J/m^2$	1	1,8	1,72	1
$\gamma_{gb}, J/m^2$	0,6	0,7	1	0,61
$\Psi, ^\circ$	140	155	146	144

Tablica 2

Porównanie wartości parametrów materiałowych modelu spiekania NiAl

Table 2

Comparison of material parameters of NiAl sintering model

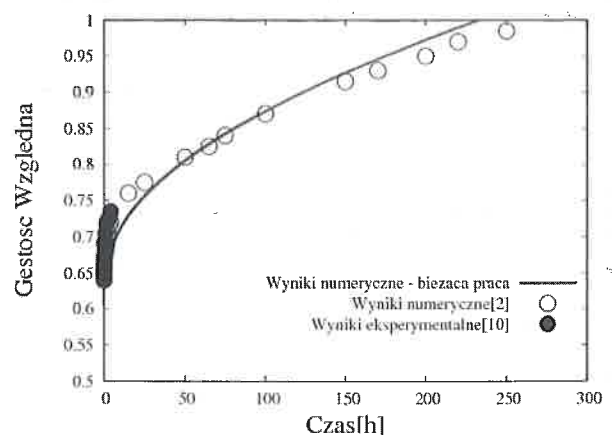
Parametr	Dane literaturowe		Bieżąca praca
	wartość minimalna	wartość maksymalna	
$D_0, m^2/s$	$1,84 \cdot 10^{-5}$	$6,7 \cdot 10^{-4}$	$6,32 \cdot 10^{-5}$
$D, m^2/s$	$1 \cdot 10^{-11}$	$1 \cdot 10^{-9}$	$3,56 \cdot 10^{-10}$
$\gamma_s, J/m^2$	1	1,8	1,58
$\gamma_{gb}, J/m^2$	0,6	0,7	0,81
$\Psi, ^\circ$	145	155	150

dostępnych danych z literatury oraz podano wartości stosowane w obliczeniach, których wyniki zamieszczono w niniejszym artykule. W tablicy 1 podano ponadto parametry stosowane przez Parhamiego i McMeekinga [2].

### Wyniki numeryczne

W celu weryfikacji modelu numerycznego przeprowadzono symulację spiekania swobodnego układu równomiernie rozmieszczonych równych cząstek miedzianych w temperaturze 1027 °C. W symulacji wykorzystano dane materiałowe miedzi zawarte w tablicy 1. Uzyskane wyniki porównano na rysunku 5 z danymi eksperymentalnymi [10] oraz danymi numerycznymi [2] otrzymując wysoką zgodność.

W celu kalibracji i weryfikacji modelu spiekania pod ciśnieniem przeprowadzono symulację spiekania próbki cylindrycznej NiAl. Biorąc wstępne wartości parametrów, wyznaczone na podstawie danych literaturowych przedstawione w tablicy 2 przeprowadzono symulacje procesu spiekania w temperaturze 1300 i 1400 °C pod ciśnieniem 30 MPa



Rys. 5. Ewolucja gęstości względnej w trakcie spiekania swobodnego miedzi — porównanie wyników własnych z wynikami eksperymentalnymi (Exner [10]) oraz wynikami numerycznymi (Parhami [3])

Fig. 5. Evolution of relative density during free sintering of copper powder — comparison with experimental results (Exner [10]) and numerical results (Parhami [3])

zmieniając parametry modelu numerycznego w ten sposób by uzyskać dobre dopasowanie numerycznej krzywej ewolucji gęstości względnej do krzywej eksperymentalnej. Wyznaczone parametry modelu numerycznego spiekania NiAl przedstawiono w tabelicy 2. Wartości parametrów są zbliżone do wartości literaturowych. Potwierdza to prawidłowość przedstawionej w rozdziale 3 metody teoretycznego wyznaczania parametrów spiekania. Wyznaczone parametry wykorzystano następnie do symulacji spiekania pod ciśnieniem 5 MPa. Porównanie wyników numerycznych symulacji spiekania proszku NiAl w temperaturach 1300 i 1400 °C z wynikami eksperymentalnymi dla różnych wartości obciążenia zewnętrznego przedstawiono na rysunkach 6 i 7. Można zauważyć, że parametry modelu wyznaczone przy ciśnieniu 30 MPa dają dobre wyniki dla ciśnienia 5 MPa, co potwierdza, że model numeryczny z dużą dokładnością uwzględnia wpływ ciśnienia na kinetykę procesu spiekania.

Po pozytywnej weryfikacji oraz kalibracji modelu numerycznego spiekania materiałów jednofazowych, przygotowano model geometryczny próbki cylindrycznej dla spiekania materiałów dwufazowych — NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (rys. 8). Udziały

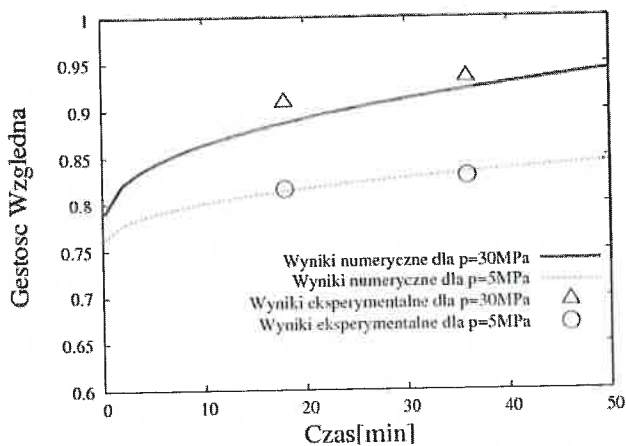
objętościowe materiałów stanowią odpowiednio 90 i 10 %. Rozmieszczenie cząstek fazy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> w modelu geometrycznym przedstawiono na rysunku 9.

W modelu spiekania materiałów dwufazowych (NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) można wyróżnić kombinację trzech oddziaływań pomiędzy poszczególnymi cząstkami: NiAl-NiAl, NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



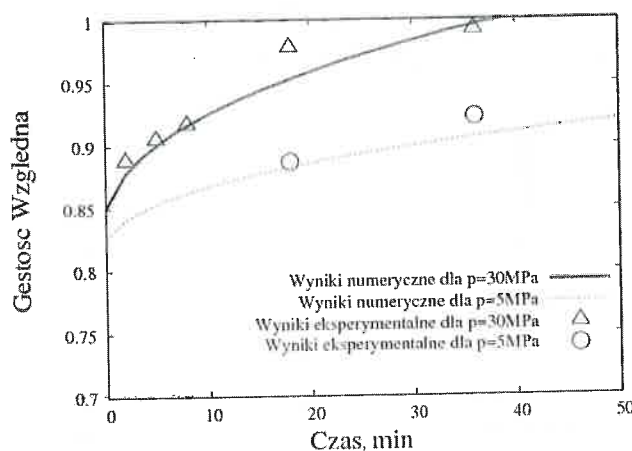
Rys. 8. Model geometryczny do symulacji spiekania materiałów dwufazowych NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Fig. 8. Geometric model for two-phase sintering NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



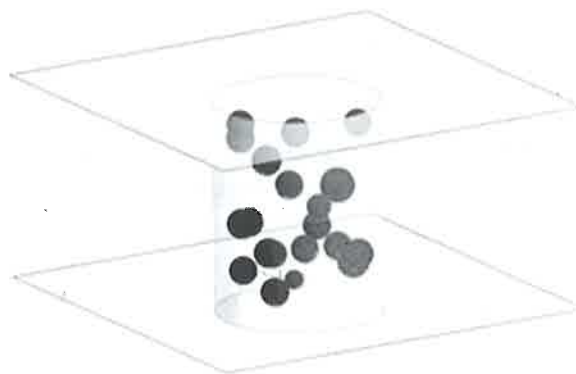
Rys. 6. Ewolucja gęstości w trakcie spiekania NiAl — porównanie wyników numerycznych z danymi doświadczalnymi dla 1300 °C

Fig. 6. Evolution of density during sintering of NiAl — comparison of numerical results with experimental data for 1300 °C



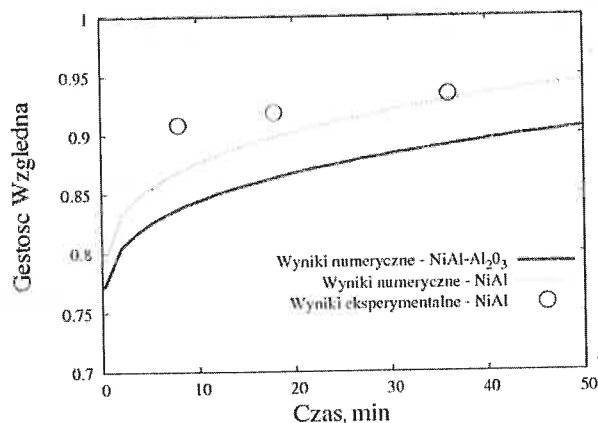
Rys. 7. Ewolucja gęstości w trakcie spiekania NiAl — porównanie wyników numerycznych z danymi doświadczalnymi dla 1400 °C

Fig. 7. Evolution of density during sintering of NiAl — comparison of numerical results with experimental data for 1400 °C



Rys. 9. Model geometryczny do symulacji spiekania materiałów dwufazowych NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — rozkład cząstek fazy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Fig. 9. Geometric model for two-phase sintering NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — particle distribution of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phase



Rys. 10. Ewolucja gęstości w czasie spiekania (1300 °C, 30 MPa) — porównanie wyników mieszanki 2 proszków (NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) z danymi doświadczalnymi i numerycznymi spiekania NiAl

Fig. 10. Evolution of density during sintering (1300 °C, 30 MPa) — comparison of numerical results for two-phase sintering with experimental and numerical data for sintering of NiAl

oraz  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Symulację spiekania mieszaniny tych dwóch proszków przeprowadzono zakładając różny stopień oddziaływania dla każdej z trzech możliwych par materiałów. Najlepszą spiekalność założono dla pary cząstek NiAl-NiAl, nieco gorszą spiekalność założono dla pary cząstek NiAl- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , oddziaływanie pomiędzy cząstkami  $\text{Al}_2\text{O}_3$  założono jako bliskie zeru. Symulację spiekania przeprowadzono dla temperatury 1300 °C oraz obciążenia zewnętrznego 30 MPa. Otrzymane wyniki numeryczne spiekania materiału dwufazowego porównano na rysunku 10 z wynikami numerycznymi oraz eksperymentalnymi spiekania proszku NiAl. Zgodnie z oczekiwaniem ewolucja gęstości względnej w procesie spiekania materiału dwufazowego jest mniejsza z powodu założonej niższej spiekalności dla par cząstek NiAl- $\text{Al}_2\text{O}_3$  oraz  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

### Wnioski końcowe

Metoda elementów dyskretnych jest dogodnym narzędziem do modelowania spiekania proszków. Wyniki numeryczne otrzymane podczas symulacji różnych typów spiekania: swobodnego, pod ciśnieniem oraz materiałów dwufazowych, świadczą o dużej efektywności zaproponowanego modelu numerycznego. Prawidłowo dobrane dane materiałowe poszczególnych materiałów, oraz zastosowanie modelu oddziaływania kontaktowego Hertza, zapewniły odpowiednią zgodność modelu numerycznego z danymi eksperymentalnymi. Otrzymane wyniki świadczą o dużym potencjale omawianej metody.

### Literatura

1. Coble R. L.: Initial Sintering of Alumina and Hematite. Journal of The American Ceramic Society, 1958, t. 41.
2. Parhami F., McMeeking R. M.: A network model for initial stage sintering. Mechanics of Materials, 1998, t. 27.
3. Olmos L., Martin C. L., Bouvard D.: Sintering of mixtures of powders: Experiments and modelling. Powder Technology, 2009, t. 190.
4. Nosewicz S., Rojek J.: Modelowanie spiekania proszków metodą elementów dyskretnych. Pr. Naukowe — Mechanika — Fizyczne i Matematyczne Modelowanie Procesów Obróbki Plastycznej — FIMM 2011". Wydaw. Politechniki Warszawskiej, 2011.
5. Rojek J., Pietrzak K., Chmielewski M., Kaliński D., Nosewicz S.: Discrete element simulation of powder sintering. Computer Methods In Materials Science, 2011, t. 11.
6. Rahaman M. N.: Ceramic Processing And Sintering. Marcel Dekker Inc., druga edycja, 2003.
7. Finn R.: Capillary Surface Interfaces. Notices of the AMS, 1999, t. 46.
8. Herring C.: The Physics of Powder Metallurgy, 1953.
9. Shockley W., Read W. T.: Dislocation Models Of Crystal Grain Boundaries. Physical Rev. 1950, t. 78.
10. Exner H. E.: Principles of single phase sintering. Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics, 1979, t. 1.

*Praca naukowa finansowana ze środków Programu Operacyjnego: Innowacyjna Gospodarka 2007÷2013 w ramach projektu badawczego KomCerMet: „Kompozyty i nanokompozyty ceramiczno-metalowe dla przemysłu lotniczego i samochodowego”.*

## Szanowni Czytelnicy

### ZAPRASZAMY

### DO ZAPRENUMEROWANIA NASZEGO CZASOPISMA

w którym znajdziecie Państwo informacje o aktualnych nowościach z dziedziny przemysłu metali nieżelaznych.

Warunki prenumeraty na 2012 r. znajdują się na III stronie okładki.

*Redakcja*